



⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

# Offenlegungsschrift

⑯ DE 198 55 910 A 1

⑮ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**B 01 D 1/00**  
B 01 D 3/00  
B 01 D 1/22

⑯ Anmelder:  
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

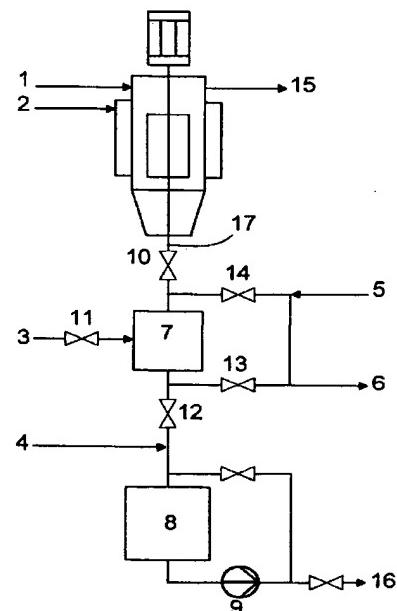
⑯ Vertreter:  
Patent- und Rechtsanwälte Bardehle, Pagenberg,  
Dost, Altenburg, Geissler, Isenbruck, 68165  
Mannheim

⑯ Erfinder:  
Vansant, Frans, Dr., Kalmthout, BE; De Hert, Jozef,  
Antwerpen, BE; Köffer, Dieter, Dr., 69488 Birkenau,  
DE; Theis, Gerhard, Dr., 67133 Maxdorf, DE;  
Terjung, Winfried, Kapellen, BE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑯ Spülvorrichtung zur Entfernung von Rückständen

- ⑯ Spülvorrichtung zum Entfernen von Rückständen aus dem Sumpfablauf eines Kopfprodukt und Sumpfprodukt erzeugenden, mit einem Sumpfablauf ausgestatteten Verdampfungsapparat, enthaltend:
- a) einen Ablaufbehälter (7),
  - b) einen Sammelbehälter (8),
  - c) ein Ablaufventil (10),
  - d) ein Spülwasserventil (11),
  - e) ein Behälterablaufventil (12),
  - f) ein Spülablaufventil (13),
  - g) ein Entlüftungsventil (14),
  - h) eine aus dem Sumpf zum Ablaufventil (10) führende Leitung (17),
  - i) ein Einleitungsrohr (3) für Spülmittel,
  - j) eine Ablaufleitungs-Einrichtung (6, 16)
  - und Verbindungsleitungen zwischen den Einrichtungen a) bis j).
- Die Spülvorrichtung kann bei der destillativen Aufarbeitung salzhaltiger Lösungen verwendet werden.



## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Spülvorrichtung zur Entfernung von Rückständen aus dem Sumpfablauf einer Verdampfungsvorrichtung und ihre Verwendung für die destillative Aufarbeitung salzhaltiger Lösungen.

Dünnsschichtverdampfung wird für kontinuierliche Destillation, insbesondere zur Verdampfung temperaturempfindlicher Substanzen aus hochsiedenden Rückständen, und für die Aufkonzentration von temperaturlabilen Stoffen eingesetzt. Hierbei verteilt man die Flüssigkeit durch Abric-selnlassen (Fallfilm-Verdampfer), Einwirkung von Zentrifugalkraft (spezielle Ausführungsform eines Rotationsverdampfers), besonders konstruierte Wischer (Filmtruder) oder anderen Techniken zu dünnen Schichten (Größenordnung der Schichtdicke in der Regel ca. 0,1 mm) auf den (in der Regel) beheizten Flächen. Dünne Flüssigkeitsschichten ermöglichen eine schnelle Verdampfung, so daß die enthaltenen Komponenten nur kurzzeitig den (in der Regel) höheren Temperaturen im Verdampfer ausgesetzt sind. Die Verweilzeit, die Temperatur und der Druck (Vakuum) werden entsprechend der jeweiligen Trennaufgabe ausgelegt. Dabei sind zur Schonung der betreffenden Substanzen möglichst niedrige Temperaturen und kurze Verweilzeiten zu bevorzugen. Neben Verdampfungsvorrichtungen, die im allgemeinen technischen Sprachgebrauch bereits als Dünnsschichtverdampfer bezeichnet werden, werden erfindungsgemäß auch alle anderen Verdampfungsvorrichtungen als Dünnsschichtverdampfer verstanden, die nach dem vorstehend beschriebenen Prinzip arbeiten.

Ein typischer Dünnsschichtverdampfer weist ein senkrecht stehendes, von außen beheiztes Rohr auf, auf dessen Innenfläche das zu verdampfende Produkt von einem Rotor als dünne Schicht ausgebreitet wird. Das Produkt tritt oberhalb der Heizzone in den Verdampfer ein und fließt infolge der mechanischen Verteilung durch den Rotor als Flüssigkeitsfilm über die Heizfläche. Die leichtsiedenden Komponenten verdampfen, während der Rückstand nach unten abläuft. Die Brüdfäden strömen durch einen Tropfenabscheider, der sich im Kopf des Verdampfers befindet und werden in einem separat angeordneten Kondensator kondensiert. Für die mechanische Flüssigkeitsverteilung ist ein Rotor mit pendelnd aufgehängten Wischerblättern aus Metall eingebaut. Beim Betrieb werden die Wischerblätter infolge der Fliehkräfte gegen die Verdampferwand gedrückt, was eine gleichmäßige Produktverteilung und eine intensive Flüssigkeitsdurchmischung des Flüssigkeitsfilms bewirkt.

Ein besonderes Problem tritt jedoch häufig dann auf, wenn Flüssigkeiten verdampft werden, die gelöste Rückstände, zum Beispiel gelöste Salze, enthalten: Die Ursache ist darin zu finden, daß sich diese Rückstände im Sumpf abscheiden. Dabei handelt es sich um Rückstände, die in der Regel vor der Verdampfung als gelöste Komponenten in der Flüssigkeit vorlagen und sich nach der Verdampfung von Lösungsmittel als Feststoff abscheiden. Als Beispiel kann die Verdampfung von Salzlösungen angeführt werden, wobei Salz, nach der Verdampfung von Lösungsmittel, als fester Rückstand im Sumpf des Verdampfungsapparates anfällt. Neben solchen Salzen können lösliche Rückstände prinzipiell alle Feststoffe sein, die mit einem Spülmittel entfernt – in der Regel in einem Lösungsmittel gelöst – werden können.

Der einleitend beschriebene Dünnsschichtverdampfer soll nicht nur die vollständige Verdampfung verdampfbarer Komponenten aus einer rückstandshaltigen – zum Beispiel salzhaltigen – Lösung gewährleisten, sondern auch die Rückstände als eine aus dem Sumpf abfuhrbare, pumpfähige Masse bereitstellen. Bei einem Dünnsschichtverdamp-

fer, der nach dem vorstehend beschriebenen Prinzip arbeitet, ist dies jedoch nicht der Fall; denn Rückstände, beispielsweise Salze, können sich im Bereich des Sumpfablaufs abscheiden und Verkrustungen ausbilden, so daß der Sumpfastrag aufgrund von Verstopfungen nicht mehr problemlos abgeführt werden kann. Der Sumpfablauf ist in der Regel der sich verjüngende Teil – meist der sich zu einem Rohr verjüngende Teil – des Sumpfes, durch den das Sumpfprodukt bei der Abführung aus dem Verdampfungsapparat hindurchgeführt wird. Der kontinuierliche Betrieb der Dünnsschichtverdampfung muß beim Auftreten solcher Verstopfungen eingestellt werden, damit entsprechende Reinigungsarbeiten eingeleitet werden können. Auch bei der Verwendung anderer Verdampfungsapparate, zum Beispiel Destillationskolonnen, treten häufig die gleichen Probleme auf.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung bereitzustellen, mit der gelöste Rückstände enthaltende Flüssigkeiten in einer Verdampfungsvorrichtung getrennt werden können, ohne daß der Sumpfablauf der Verdampfungsvorrichtung durch die Rückstände verstopft. Dabei sollen keine Reinigungsarbeiten notwendig sein, die eine kontinuierliche Verdampfung unterbrechen würden. Sowohl das Sumpfprodukt als auch das Kopfprodukt des entsprechenden Verdampfungsverfahrens sollen in möglichst schonender Weise erhalten werden. Die Vorrichtung soll effektiv und kostengünstig arbeiten.

Lösung dieser Aufgabe ist dann eine Spülvorrichtung zur Entfernung von Rückständen aus dem Sumpfablauf einer Kopfprodukt und Sumpfprodukt erzeugenden, mit einem Sumpfablauf ausgestatteten Verdampfungsvorrichtung, enthaltend:

- a) einen Ablaufbehälter,
- b) einen Sammelbehälter,
- c) ein Ablauventil,
- d) ein Spülwasserventil,
- e) ein Behälterablaufventil,
- f) ein Spülablaufventil,
- g) ein Entlüftungsventil,
- h) eine aus dem Sumpf zum Ablauventil führende Leitung,
- i) ein Einleitungsrohr für Spülmittel,
- j) eine Ablaufleitungs-Einrichtung und

45 Verbindungsleitungen zwischen den Einrichtungen a) bis j). In einer bevorzugten Ausführungsform ist der Ablaufbehälter über Verbindungsleitungen unmittelbar mit dem Ablauventil, dem Spülwasserventil, dem Behälterablaufventil, dem Spülablaufventil und dem Entlüftungsventil verbunden.

Der Ablaufbehälter ist in der Regel oberhalb des Sammelbehälters und unterhalb des Sumpfes angeordnet.

Die Spülablaufleitung kann in die Sumpfablaufleitung münden, so daß die Ablau-Leitungseinrichtung einen für Spülmittel und Sumpfprodukt gemeinsamen Ausgang aufweist. Bevorzugt ist jedoch die Ablau-Leitungseinrichtung in Form von zwei Leitungen, einer Spülablaufleitung und einer Sumpfablaufleitung, ausgebildet, so daß Sumpf und Spülmittel getrennt, durch verschiedene Ausgänge abgeführt werden.

Meist ist die Verdampfungseinrichtung evakuiert, da in der Regel nur unter verminderter Druck eine schonende Verdampfung (dann unter niedrigeren Temperaturen stattfindend) möglich ist. Während der Abführung von Sumpfprodukt aus dem Verdampfungsapparat könnte deshalb Luft durch den Sumpfablauf in den Verdampfungsapparat eindringen. Erfindungsgemäß kann jedoch das Eindringen von Luft in den Verdampfungsapparat verhindert werden:

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung münden ein oder mehrere Einleitungsrohre für Inertgas in den Ablaufbehälter und/oder in den Sammelbehälter und/oder in Verbindungsleitungen zwischen den Einrichtungen a) bis j). Diese Vorkehrungen sind insbesondere deshalb sinnvoll, um durch Einleiten von Schutzgas, zum Beispiel Stickstoff, das Eindringen von Luft (und damit auch von Sauerstoff) in die Apparatur zu verhindern. Auf diese Weise können im Kopfprodukt oder Sumpfprodukt befindliche, oxidationsempfindliche Stoffe geschont werden.

Der Sammelbehälter ist bevorzugt mit einer Pumpe verbunden. Mit dieser kann der Inhalt des Sammelbehälters zirkuliert werden, so daß dieser homogen bleibt und die Absetzung von Rückständen vermieden wird.

Es können prinzipiell alle Arten von Verdampfungsvorrichtungen eingesetzt werden, die Kopfprodukt und Sumpfprodukt erzeugen. Sowohl Kopfprodukt als auch Sumpfprodukt sind in der Regel Gemische. Jedoch kann insbesondere das Kopfprodukt auch aus einem einzigen Stoff bestehen. In einer bevorzugten Ausführungsform ist die Verdampfungsvorrichtung ein Dünnschichtverdampfer.

Die erfundungsgemäße Spülvorrichtung wird insbesondere für die destillative Aufarbeitung salzhaltiger Lösungen verwendet. Es handelt sich dabei in der Regel um Lösungen, die neben den gelösten Salzen noch Wertprodukte (häufig oxidationsempfindliche Wertprodukte) enthalten. Meist sind noch weitere Aufarbeitungsschritte notwendig, um reine Wertprodukte zu erhalten.

Der Sumpfablauf des Verdampfungsapparates wird mit Hilfe der erfundungsgemäßen Spülvorrichtung periodisch gespült. In der Regel wird ein Spülmittel eingesetzt, in dem enthaltende Rückstände gelöst werden. Die erfundungsgemäße Spülvorrichtung dient demgemäß bevorzugt der Entfernung löslicher Rückstände. Es können jedoch auch mechanische Spülereffekte wirksam sein, da das Spülmittel mit einer gewissen Geschwindigkeit auf die entsprechenden Rückstände auftreffen kann. Es ist somit nicht unbedingt notwendig, daß die Rückstände vollständig in dem Spülmittel löslich sind.

Insbesondere dann, wenn Salze den Sumpfablauf verstopfen, empfiehlt es sich, Wasser als Spülmittel zu verwenden. Da in einigen Fällen in der Praxis Spülmittel in das Kopfprodukt des Verdampfungsapparates gelangen kann, empfiehlt es sich in diesen Fällen, ein Spülmittel zu verwenden, das die Qualität des Kopfproduktes und/oder die weitere Aufarbeitung des Kopfproduktes nicht nachhaltig negativ beeinträchtigt.

Bei Verstopfung mit Salzen kann der Sumpfaustrag des Verdampfungsapparates nach dem Spülen und dem Vermischen mit dem Spülmittel (Wasser) abgepumpt und gelagert werden. Je nach der Beschaffenheit des erhaltenden Gemisches kann dieses beispielsweise in einer Rückstandsverbrennung verbrannt, in einer biologischen Kläranlage entsorgt, oder (falls noch Wertprodukte enthalten sind) weiter aufgearbeitet werden.

Im folgenden soll die Funktionsweise der erfundungsgemäßen Vorrichtung anhand einer bevorzugten Ausführungsform, am Beispiel eines Salze abscheidenden Dünnschichtverdampfers, beschrieben werden.

In der anliegenden Zeichnung ist in Fig. 1 ein Dünnschichtverdampfer mit einer erfundungsgemäßen Spülvorrichtung dargestellt. Diese Spülvorrichtung weist eine Ablaufleitungs-Einrichtung (6, 16) auf, die in Form von zwei Leitungen, einer Spülablaufleitung (6) und einer Sumpfablaufleitung (16), ausgebildet ist.

Um zu vermeiden, daß der Sumpfablauf durch auskristallisierende Salze verstopt, wird dieser periodisch gespült. Dazu wird das Sumpfprodukt zunächst in einem Ablaufbe-

hälter 7 aufgefangen, welcher sich dabei allmählich auffüllt. Nach Erreichen eines bestimmten Füllstandes wird das Ablaufventil 10 geschlossen und das Vakuum im Ablaufbehälter 7 durch Öffnen des Behälterablaufvents 12 zum Sammelbehälter 8 aufgehoben (der Sammelbehälter 8 steht unter Normaldruck oder leichtem Überdruck). Anschließend wird das Entlüftungsventil 14 geöffnet, und der Inhalt des Ablaufbehälters 7 läuft in den Sammelbehälter 8 ab. Der Inhalt des Sammelbehälters 8 wird zweckmäßigweise mittels einer Pumpe 9 zirkuliert, um diesen homogen zu halten und um mögliche Salzabsatzungen zu verhindern. Der Inhalt wird zur Zwischenlagerung und weiteren Verwertung, zum Beispiel der Verbrennung, kontinuierlich oder diskontinuierlich abgeführt.

Nun wird der Ablaufbehälter 7 gespült. Zweckmäßigweise verwendet man dazu Wasser, bevorzugt warmes Wasser oder Dampfkondensat. Zum Einleiten des Spülorganges werden das Behälterablaufventil 12 geschlossen, das Spülablaufventil 13 und das Spülwasserventil 11 geöffnet. Das warme Spülwasser, das durch das Einleitungsrohr für Spülmittel 13 zugeführt wird, durchströmt nun den Ablaufbehälter 7 und entfernt auf diese Weise Salzabsatzungen. Der Spülablauf kann (je nach enthaltenden Bestandteilen) beispielsweise einer biologischen Kläranlage zugeführt werden. Spülauer und Wasserdurchfluß werden nach Bedarf so eingestellt, daß die benötigte Wassermenge so gering wie nötig ist. In der Regel ist (je nach Belastung des Verdampfungsapparates und Salzgehalt) eine Spülzeit von 1 bis 2 Minuten ausreichend. Um Verstopfungen in der Ablauflitung zum Sammelbehälter 8 zu vermeiden, wird diese Leitung durch Öffnen des Behälterablaufvents 12 (anstelle des Spülablaufvents 13) periodisch gespült. Vorzugsweise erfolgt dies alle 10 bis 20 Spül durchgänge.

Nach Ablauf einer Vorspülzeit wird das Spülablaufventil 13 geschlossen, und im weiteren Verlauf der Spülphase wird das Wasser über den Ablaufbehälter 7 und die Ablauflitung durch die Entlüftungsleitung und durch das Entlüftungsventil 14 gespült. Anschließend wird das Spülwasserventil 11 geschlossen und um den Ablaufbehälter zu entleeren, das Spülablaufventil 13 geöffnet. Restliches Spülwasser läßt man durch Öffnen des Behälterablaufvents 12 ablaufen. Danach werden alle Ventile wieder geschlossen.

Durch Öffnen des Ablaufvents 10 wird der Ablaufbehälter wieder evakuiert, und der Ablaufzyklus kann erneut beginnen.

Um das Eindringen von Luft zu vermeiden, sind die Ablauflitungen zum Sammelbehälter und zum Spülmittelablauf mit Inertgasspülungen (in der Regel Stickstoffspülung) versehen. Die Zufuhr von Inertgas erfolgt über die Einleitungsrohre (4; 5).

Vorteilhaft ist eine automatisierte Ablaufsteuerung dieser Ablauf- und Spülvorgänge.

#### Bezugszeichenliste

- 55 1 Zulauf in den Verdampfungsapparat
- 2 Dampfstrom zur Beheizung des Mantels des Verdampfungsapparates
- 3 Einleitungsrohr für Spülmittel
- 60 4 Einleitungsrohr für Inertgas
- 5 Einleitungsrohr für Inertgas
- 6 Spülablaufleitung
- 7 Ablaufbehälter
- 8 Sammelbehälter
- 65 9 Pumpe
- 10 Ablaufventil
- 11 Spülwasserventil
- 12 Behälterablaufventil

**13** Spülablaufventil**14** Entlüftungsventil**15** Kopfstrom des Verdampfungsapparates**16** Sumpfablaufleitung**17** aus dem Sumpf zum Ablaufventil führende Leitung 5

## Patentansprüche

1. Spülvorrichtung zur Entfernung von Rückständen aus dem Sumpfablauf einer Kopfprodukt und Sumpfprodukt erzeugenden, mit einem Sumpfablauf ausgestatteten Verdampfungsvorrichtung, enthaltend:
    - a) einen Ablaufbehälter (7),
    - b) einen Sammelbehälter (8),
    - c) ein Ablaufventil (10),
    - d) ein Spülwasserventil (11),
    - e) ein Behälterablaufventil (12),
    - f) ein Spülablaufventil (13),
    - g) ein Entlüftungsventil (14),
    - h) eine aus dem Sumpf zum Ablaufventil (10) 20 führende Leitung (17),
    - i) ein Einleitungsrohr (3) für Spülmittel,
    - j) eine Ablaufleitungs-Einrichtung (6, 16)
- und Verbindungsleitungen zwischen den Einrichtungen a) bis j). 25
2. Spülvorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ablaufbehälter (7) über Verbindungsleitungen unmittelbar mit dem Ablaufventil (10), dem Spülwasserventil (11), dem Behälterablaufventil (12), dem Spülablaufventil (13) und dem Entlüftungsventil (14), verbunden ist.
  3. Spülvorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Ablaufbehälter (7) oberhalb des Sammelbehälters (8) und unterhalb des Sumpfes angeordnet ist. 35
  4. Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3 dadurch gekennzeichnet, daß die Ablaufleitungs-Einrichtung (6, 16) in Form von zwei Leitungen, einer Spülablaufleitung (6) und einer Sumpfablaufleitung (16), ausgebildet ist. 40
  5. Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß ein oder mehrere Einleitungsrohre für Inertgas (4; 5) in den Ablaufbehälter (7) und/oder in den Sammelbehälter (8) und/oder in Verbindungsleitungen zwischen den Einrichtungen a) bis 45 j) münden.
  6. Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Sammelbehälter (8) mit einer Pumpe (9) verbunden ist.
  7. Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, 50 dadurch gekennzeichnet, daß der Verdampfungsapparat ein Dünnschichtverdampfer ist.
  8. Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Verdampfungsapparat evakuiert ist. 55
  9. Verwendung einer Spülvorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 8 für die destillative Aufarbeitung salzhaltiger Lösungen.

---

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

**- Leerseite -**

